

CLIPPEDIMAGE= JP401036085A

PAT-NO: JP401036085A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01036085 A

TITLE: METHOD AND APPARATUS FOR FORMING FUNCTIONAL
DEPOSITION FILM BY
MICROWAVE PLASMA CVD METHOD

PUBN-DATE: February 7, 1989

INVENTOR-INFORMATION:
NAME
YAMAZAKI, ITARU

INT-CL (IPC): H01L031/08; C23C016/50 ; G03G005/08 ;
H01L021/205 ; H01L021/31

US-CL-CURRENT: 427/248.1

ABSTRACT:

PURPOSE: To efficiently prevent the deterioration of the film quality due to the discharge of an impure gas from the inner wall of a deposition chamber by heating the inner wall of the deposition chamber up to a predetermined temperature before forming a deposition film, and cooling and holding the inner wall of the deposition chamber to a predetermined temperature in the process of forming the deposition film.

CONSTITUTION: A deposition chamber 101 is evacuated, and the pressure within the deposition chamber is adjusted to 1×10^{-7} Torr or less. Then, by a heater 110, the inner wall 109 is heated and held to a predetermined temperature. At this time, the degree of vacuum and temperature are high vacuum and high temperature as compared with the formation

heating
+
cooling
wall
heat
time wound
on
cooling
fluid

of the deposition film, and the longer the better for the heating time, but it is particularly preferable to be held at 150°C or higher. Then, the temperature of the base is heated and held to a temperature suitable for the film deposition by an internal heater for heating the base, and simultaneously therewith, a coolant for cooling is made to flow in a cooling pipe 111 to cool and hold the inner wall 109 of the deposition chamber to a predetermined temperature. At this time, the lower the better for the temperature of the inner wall 109 of the deposition chamber as compared with the temperatures at the times of heating and deposition of the deposition film, but it is particularly preferable to be held at 50°C or lower.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

----- KWIC -----

Document Identifier - DID:

JP 01036085 A

Title of Patent Publication - TTL:

METHOD AND APPARATUS FOR FORMING FUNCTIONAL DEPOSITION FILM
BY MICROWAVE PLASMA
CVD METHOD

International Classification, Secondary - IPCX:

C23C016/50

International Classification, Secondary - IPCX:

H01L021/205

International Classification, Secondary - IPCX:

H01L021/31

Abstract - FPAR:

PURPOSE: To efficiently prevent the deterioration of the film quality due to the discharge of an impure gas from the inner wall of a deposition chamber by heating the inner wall of the deposition chamber up to a predetermined temperature before forming a deposition film, and cooling and holding the inner wall of the deposition chamber to a predetermined temperature in the process of forming the deposition film.

Abstract - FPAR:

CONSTITUTION: A deposition chamber 101 is evacuated, and the pressure within the deposition chamber is adjusted to 1×10^{-7} Torr or less. Then, by a heater 110, the inner wall 109 is heated and held to a predetermined temperature. At this time, the degree of vacuum and temperature are high vacuum and high temperature as compared with the formation of the deposition film, and the longer the better for the heating time, but it is particularly preferable to be held at 150°C or higher. Then, the temperature of the base is heated and held to a temperature suitable for the film deposition by an internal heater for heating the base, and simultaneously therewith, a coolant for cooling is made to flow in a cooling pipe 111 to cool and hold the inner wall 109 of the deposition chamber to a predetermined temperature. At this time, the lower the better for the temperature of the inner wall 109 of the deposition chamber as compared with the temperatures at the

times of heating
and deposition of the deposition film, but it is
particularly preferable to be
held at 50°C or lower.

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-36085

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和64年(1989)2月7日

H 01 L 31/08
C 23 C 16/50
G 03 G 5/08
H 01 L 21/205
21/31

3 6 0

G-6851-5F
6926-4K
7381-4G
7739-5F
6708-5F

審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑬ 発明の名称 マイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法及び装置

⑭ 特 願 昭62-190406

⑮ 出 願 昭62(1987)7月31日

⑯ 発 明 者 山 崎 至 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
⑰ 出 願 人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
⑱ 代 理 人 弁理士 荻上 豊規

明 細 書

1. 発明の名称

マイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法及び装置

2. 特許請求の範囲

(1) 真空気密可能な堆積室内でマイクロ波エネルギーを用いて該堆積室内に設置された基体上に膜堆積を行うマイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法であって、前記堆積室の内壁を、堆積膜形成前に所定温度に加熱し、そして、堆積膜形成過程で所定温度に冷却・維持することを特徴とするマイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法。

(2) 前記堆積室内壁の温度を、堆積膜形成前には150℃以上に、そして、堆積膜形成過程で50℃以下に調節する、特許請求の範囲第(1)項に記載のマイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法。

(3) 内部に真空気密化可能な成膜空間を有する堆積室を有し、該堆積室内に成膜用原料ガスを導

入する手段と該堆積室内にマイクロ波エネルギーを導入する手段を備えていて、前記成膜空間内に設置された基体上に、マイクロ波エネルギーを用いて膜堆積を行うマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成装置であって、前記堆積室の内壁を堆積膜形成前に加熱する手段と、該堆積室内壁を堆積膜形成中に冷却する手段とを備えていることを特徴とするマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成装置。

3. 発明の詳細な説明

(発明の属する技術分野)

本発明は、基体上に堆積膜、とりわけ機能性膜、特に半導体デバイス、電子写真用感光体デバイス、画像入力用ラインセンサー、撮像デバイス、光起電力デバイス等に用いるアモルファス半導体膜を形成する装置、及びエッチング装置等のマイクロ波プラズマCVD装置に関するものである。

(従来の技術の説明)

従来、半導体デバイス、電子写真用感光体デ

イバース、画像入力用ラインセンサー、撮像デバイス、光起電力デバイス、その他各種エレクトロニクス素子、光学素子等に用いる素子部材として、アモルファスシリコン、例えば水素又は/及びハロゲン（例えばフッ素、塩素等）で補償されたアモルファスシリコン（以下、 $A-Si:H$: X と記す）等のアモルファス半導体の堆積膜が提案され、その中のいくつかは実用に付されている。

そして、こうした堆積膜は、プラズマCVD法、即ち、原料ガスを直流又は高周波、マイクロ波グロー放電によって分解し、ガラス、石英、耐熱性合成樹脂フィルム、ステンレス、アルミニウムなどの基体上に薄膜状の堆積膜を形成する方法により形成される事が知られており、そのための装置も各種提案されている。

特に近年マイクロ波グロー放電分解を用いたプラズマCVD法すなわちマイクロ波プラズマCVD法が工業的にも注目されている。そうした従来のマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成

装置は代表的には、第6図の透視略図、及び第7図の平面略図で示される装置構成のものである。

第6図及び第7図において、601、701は反応容器であり、真空気密化構造を成している。

602、702は、マイクロ波電力を反応炉容器内へ効率良く透過し、かつ真空気密を保持し得る様な材料（例えば石英ガラス、アルミナセラミックス等）で形成されたマイクロ波導入窓である。

603、703はマイクロ波電力の伝送部として金属の矩型導波管より成っており、スタブチューナー（図示せず）、アイソレータ（図示せず）を介してマイクロ波電源（図示せず）に接続されている。604、704は一端が真空容器601、701内に開口し、他端が排気装置（図示せず）に連通している排気管である。605、705は堆積膜を形成すべき基体であり、606、706は基体605、705により囲まれた放電空間を示す。

こうした従来の堆積膜形成装置による堆積膜形成は、以下の様にして行われる。まず真空ポンプ

（図示せず）により排気管604、704を介して、反応容器601、701を脱気し、反応容器内圧力を 1×10^{-4} Torr 以下に調整する。次いでヒーター607、707により、基体605、705の温度を膜堆積に好適な温度に加熱保持する。そこで原料ガスをガス放出管608、708を介して、例えばアモルファスシリコン堆積膜を形成する場合であれば、シランガス、水素ガス等の原料ガスが反応容器601、701内に導入される。それと同時に併行的にマイクロ波電源（図示せず）により周波数500 MHz 以上の、好ましくは2.45 GHz のマイクロ波を発生させ、導波管603、703を通じ、誘電体窓602、702を介して反応容器601、701内に導入される。かくして基体605、705により囲まれた放電空間606、706において、原料ガスはマイクロ波のエネルギーにより励起されて解離し、基体605、705表面に堆積膜が形成される。この時、基体605、705を基体母線方向中心軸の回りに回転させることにより、基体605、705

全周に渡って堆積膜が形成される。

この様な従来の堆積膜形成装置による場合、ある程度の品質の堆積膜を得るのは可能だが、真に良質な堆積膜を得るには困難であった。それはマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成では、高周波グロー放電法による場合と比較して、より高真空下で堆積膜を形成せねばならず、堆積室内壁から放出される不純ガスが堆積膜の膜質に与える影響が大きいためである。また、マイクロ波エネルギーにより堆積室内壁の温度が上昇するため、例えば、堆積室内壁がステンレス鋼である場合には、 N_2O 、 O_2 、 CO 、 H_2 、 CO 、 N_2 等の気体が放出され、これらの不純ガスが堆積膜の膜質の低下をひきおこすところとなるためである。

こうした問題を解決するため、堆積膜を形成する前に堆積室内壁に高温で長時間にわたるベークアウトを施し、放出される不純ガスを減少させる方法が採用されているが、堆積膜の膜質および生産性のいずれにおいても満足のいくものではなく、短時間で不純ガスの放出を効率的に減少させる方

法の開発が強く望まれている。

〔発明の目的〕

本発明の目的は、上述のごとき従来の装置における諸問題を克服して、半導体デバイス、電子写真用感光体デバイス、光起電力素子、その他のエレクトロニクス素子、光学素子等に用いられる素子部材としての堆積膜を、マイクロ波プラズマCVD法により、安定して高速形成し得る方法、及び該方法を実施するに至適な装置を提供することにある。

即ち、本発明の主たる目的は、マイクロ波プラズマCVD法により堆積膜を形成するについて、堆積膜を形成する前に行うところの高温で長時間にわたるベークアウトを行うことなく、短時間で堆積室内壁からのガスの放出を減少させて、該ガスの放出による堆積膜の膜質低下を防止し得る方法及び該方法を実施するに至適な装置を提供することにある。

さらに本発明の他の目的は、マイクロ波プラズマCVD法によりA-Si:H:X堆積膜を形成

するについて、特性の優れた膜を形成し得る方法及び該方法を実施するに至適な装置を提供することにある。

〔本発明の構成〕

本発明者は、従来のマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成方法における前述の諸問題を克服して、上述の目的を達成すべく鋭意研究を重ねたところ、堆積室内壁を堆積膜形成前に所定温度に加熱し、そして堆積膜形成過程では前記内壁を所定温度に冷却して維持する場合、従来法におけるように高温で長時間にわたるベークアウトを行わなくとも、堆積室内壁からの不純ガスの放出による膜質低下に係る問題を効率的に防止することができる知見を得た。

本発明は、該知見に基づいて更に研究を重ねた結果完成するに至ったものであり、以下の方法及び該方法を実施するに好適な装置を包含するものである。

すなわち、

(1) 真空気密可能な堆積室内でマイクロ波エネル

ギーを用いて該堆積室内に設置された基体上に膜堆積を行うマイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法であって、前記堆積室内壁を、堆積膜形成前に所定温度に加熱し、そして、堆積膜形成過程で所定温度に冷却・維持することを特徴とするマイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜の形成方法、及び

(2) 内部に真空気密化可能な成膜空間を有する堆積室を有し、該堆積室内に成膜用原料ガスを導入する手段と該堆積室内にマイクロ波エネルギーを導入する手段を備えていて、前記成膜空間内に設置された基体上に、マイクロ波エネルギーを用いて膜堆積を行うマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成装置であって、前記堆積室内壁を堆積膜形成前に加熱する手段と、該堆積室内壁を堆積膜形成中に冷却する手段とを備えていることを特徴とするマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成装置。

本発明の方法及び装置において、堆積室内壁は、堆積膜形成前には150℃以上に加熱され、そし

て堆積膜形成過程では50℃以下の温度に保持するように、一連の操作を行うことが特に好ましい。

本発明の方法及び装置において、堆積室内壁の加熱手段及び冷却手段は、該堆積室内壁の一部または全部に接して、加熱室および冷却室を設けたり、加熱コイルを装着したり、1～数本の冷却パイプを設けるなど種々の方法がとられる。そして、該堆積室内壁の温度は、温度モニターにより監視し、常に所定の温度を確保できるように温度コントロール装置にて、加熱および冷却の指令を行うようにする。

このような温度調整の具体的な方法としては、例えば、加熱するには、オイル、シリコンオイルなどの液体を加熱装置内へ流したり、電熱線を用いたりする方法があげられる。また、冷却するには、液体窒素、フロンガス、メタノール、エタノール、水、シリコンオイル、空気などを冷却装置内へ流す方法があげられる。

以下、本発明の方法の実施するのに好ましい装置例を用いて、本発明を詳しく説明する。

第1乃至3図は、本発明の方法を実施するのに適したマイクロ波プラズマCVD装置を模式的に示す断面略図である。

第1、2図において、101、201は堆積室、102、202は、マイクロ波電力を堆積室内へ効率良く透過し、かつ、真空気密を保持しうるような材料、具体的には、石英ガラス、アルミナセラミックス等で形成されたマイクロ波導入窓である。103、203は、マイクロ波電力の伝送部で、主として金属の矩型導波管より成っており、スタブチューナー（図示せず）、アイソレーター（図示せず）を介してマイクロ波電源（図示せず）に接続されている。109、209は堆積室内壁、110、210は加熱用ヒーター、111は冷却用パイプ、212は温度調整室、113、213は赤外温度モニター、114、214は温度コントローラーを各々示している。

すなわち、第1図に示す装置は、堆積室内壁109の外側に加熱ヒーター110と冷却用パイプ111とが設けられ、第2図に示す装置は、第1図にお

ける冷却用パイプ111の代わりに、加熱ヒーター210を内蔵する温度調整室212を設け、加熱を加熱ヒーター210で、冷却を温度調整室212に空気を流すことにより行うようにしてある。いずれの装置の場合も、堆積室内壁の温度を測定するための非接触の赤外温度モニター113、213が設けられており、常に所定の温度となるように、前記加熱ヒーター110、210のヒーターパワー及び前記冷却用パイプ111内又は温度調整室212内を流れる冷却媒体の流量を制御するための温度コントローラー114、214が設けられている。

次に、本発明による機能性堆積膜の形成について、第1図に示す装置を用いて説明する。

まず不図示の真空ポンプにより排気管（図示せず、第6図604に相当）を介して堆積室101内を脱気し、堆積室内圧力を 1×10^{-7} Torr以下に調整する。次いで加熱ヒーター110により堆積室内壁109を所定の温度に加熱保持する。このときの真空度及び温度は堆積膜形成時に比べ

て高真空、高温であり、加熱時間も長時間に及ぶ程よいが、150℃以上に保持されることが特に好ましい。これは、加熱による効果は150℃に満たない温度では十分発現されないためである。次いで支持体加熱用内部ヒーター（図示せず、第6図607に相当）により、支持体（図示せず、第5図605に相当）の温度を膜堆積に好適な温度に加熱保持すると共に、冷却用パイプ111内に冷却用媒体を流し、堆積室内壁109を所定の温度に冷却保持する。この時の堆積室内壁109の温度は加熱時及び堆積膜堆積時の温度に比べて低い程よいが、50℃以下に保持されることが特に好ましい。これは冷却による効果は50℃を越える温度では十分発現されないためである。また、堆積室内壁の加熱のみ又は冷却のみでも放出ガスを減少させる効果はあるが、加熱・冷却の両方を連続的に行うことによる効果は相乗的なものがあり、極めて有用である。以上の操作の後に、原料ガスをガス放出管（図示せず、第6図608に相当）を介して、例えばアモルファスシリコン堆積

膜を形成する場合であればシランガス、水素ガス等の原料ガスを堆積室101内に導入する。それと同時に併行的にマイクロ波電源（図示せず）により周波数2.45GHzのマイクロ波を発生させ、該マイクロ波を導波管103を通じ、誘電体窓102を介して堆積室101内に導入する。かくして堆積室101内のガスは、マイクロ波のエネルギーにより励起されて解離し、支持体表面に堆積する。このとき、支持体（図示せず、第6図605に相当）を母線方向中心軸の回りに回転させることにより、支持体全周にわたって堆積膜が形成される。

第3図に堆積室内壁温度を所定の温度に保持するための制御図を示した。堆積室内壁温度は赤外温度モニター113からの出力信号により温度コントローラー114に刻々と入力され、あらかじめ温度コントローラー114に入力されている設定温度の値と比較して加熱ヒーター110又は冷却用パイプ111の流量制御装置（図示せず）へ指令を送り、加熱ヒーターパワー又は冷却用媒体流量を制御する。

以上、基体が円筒状である堆積膜製造装置についてのみ詳述してきたが、本発明は上記構成に限定されるものではなく、基体が平板状である場合にも適用されるものであることは、いうまでもない。

(実施例)

以下、実施例を用いて本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。

実施例 1

第1図に示したマイクロ波プラズマCVD装置を用いて第1表に示す条件で阻止型構造の感光ドラムを作成した。マイクロ波電源には最大出力2kW、発振周波数2.45GHzの発振器を用い、真空排気ポンプを組み合わせて使用した。堆積膜形成前の堆積室内壁の温度は25℃(加熱なし)～250℃までの間の所定の温度に加熱して30分間保持し、次いで10℃～125℃の間の所定の温度に冷却保持した状態で堆積膜を形成した。

堆積室内壁温度と形成した堆積膜の残留電位を

測定し、結果を第4図、第5図に示した。

第4図は堆積中に堆積室内壁の冷却を行った場合(○印)と行わなかった場合(△印)について、堆積前の堆積室内壁の加熱の効果を示したものである。

第5図は、堆積前に堆積室内壁の加熱を行った場合(○印)と行わなかった場合(△印)について、堆積中の堆積室内壁の冷却の効果を示したものである。

尚、第4図、第5図とも、後程、比較例1で示す従来方法によって感光ドラムを作成した場合の残留電位を100%として示した。

第4図および第5図から、堆積室内壁を堆積前に150℃以上に加熱し、かつ堆積中に50℃以下に冷却した場合に残留電位が極めて小さくなっていることが判る。

第 1 表

層形成 成膜条件	電荷注入 阻止層	感光層	表面層
流量			
SiH_4	400sccm	400sccm	100sccm
H_2	400sccm	400sccm	0sccm
B_2H_6	2000ppm	0sccm	0sccm
NO	20sccm	0sccm	0sccm
CH_4	0sccm	0sccm	500sccm
マイクロ波電力	0.7kW	1.5kW	1kW
堆積時間	10分	50分	3分

実施例 2

第2図に示した装置を用いて実施例1と同様の方法で感光ドラムを作成した。

堆積室内壁温度と残留電位を測定した結果は実施例1と一致し、堆積室内壁を堆積前に150℃以上に加熱し、かつ堆積中に50℃以下に冷却した場合に残留電位が極めて小さくなった。

比較例 1

第1図に示したマイクロ波プラズマCVD装置を用いて従来の方法で、即ち、堆積室内壁の加熱及び冷却を行わずに、その他の方法は実施例1と同様にして感光ドラムを作成した。

堆積室内壁温度は、堆積前には25℃であり、支持体の加熱開始時から上昇しはじめ、堆積中は125℃で一定となった。

残留電位を測定した結果を第4図、第5図に比較例1として△印で示した。

比較例 2

第1図に示したマイクロ波プラズマCVD装置を用いて、堆積前に堆積室内壁を250℃で12時間加熱、保持し、次いで堆積室内壁の温度を室温まで下げた後、従来の方法で、即ち、堆積室内壁の冷却を行わずに、その他の方法は実施例1と同様にして感光ドラムを作成した。

堆積室内壁温度は、堆積前には250℃まで加熱、保持した後、25℃まで自然冷却し、支持体の加熱開始時から再び上昇しはじめ、堆積中は125

てで一定となった。

残留電位を測定した結果を第4図、第5図に比較例2として■印で示した。

(発明の効果の概要)

本発明は、マイクロ波プラズマCVD法による機能性堆積膜を形成するについて、堆積室内壁を堆積膜形成前に加熱し、かつ堆積膜形成中に冷却することによって堆積室内壁からの放出ガスを短時間で減少させることが出来、高性能、高品質でかつ生産性に富んだ機能性堆積膜を得ることが出来るものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図および第2図は本発明を実施するためのマイクロ波プラズマCVD法による堆積膜製造装置の縦断面略図である。

第3図は堆積室内壁温度を制御するための制御装置のブロック図である。

第4図および第5図は本発明の効果を示す実験結果の一例である。

第6図は従来のマイクロ波プラズマCVD法に

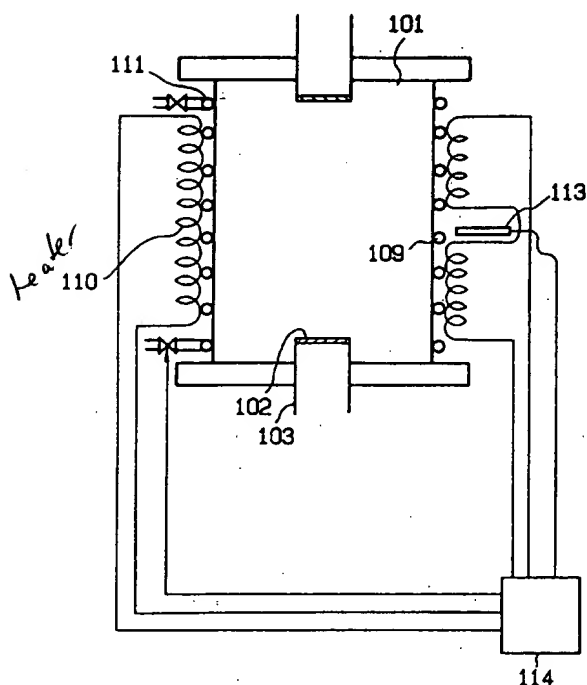
よる堆積膜製造装置の透視略図である。

第7図は第6図の平面図である。

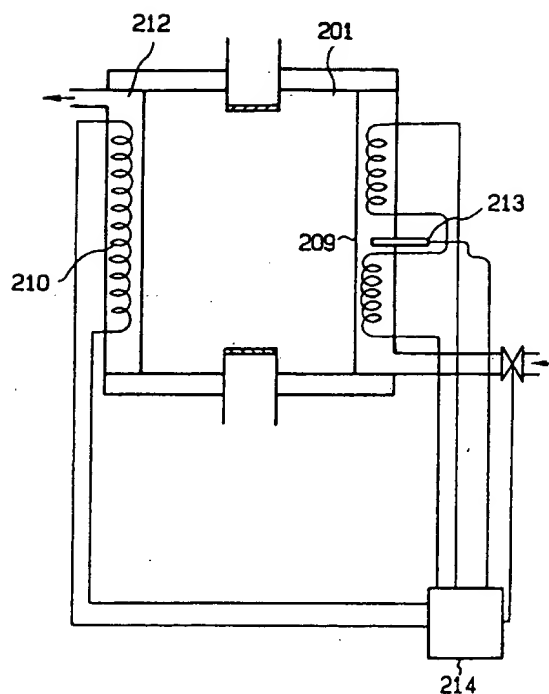
図において、101, 201, 601, 701…堆積室、102, 202, 602, 702…誘電体窓、103, 203, 603, 703…導波管、604…排気管、605…支持体、606…グロー放電プラズマ空間、607…支持体加熱用内部ヒーター、608…ガス放出管、109, 209, 609, 709…堆積室内壁、110, 210…加熱ヒーター、111…冷却用パイプ、212…温度調節室、113, 213…赤外温度モニター、114, 214…温度コントローラー。

特 許 出 願 人 キヤノン株式会社

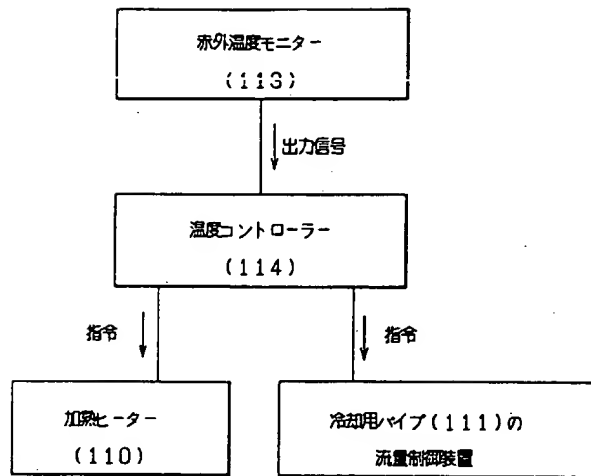
代理人 弁理士 荻 上 豊 規



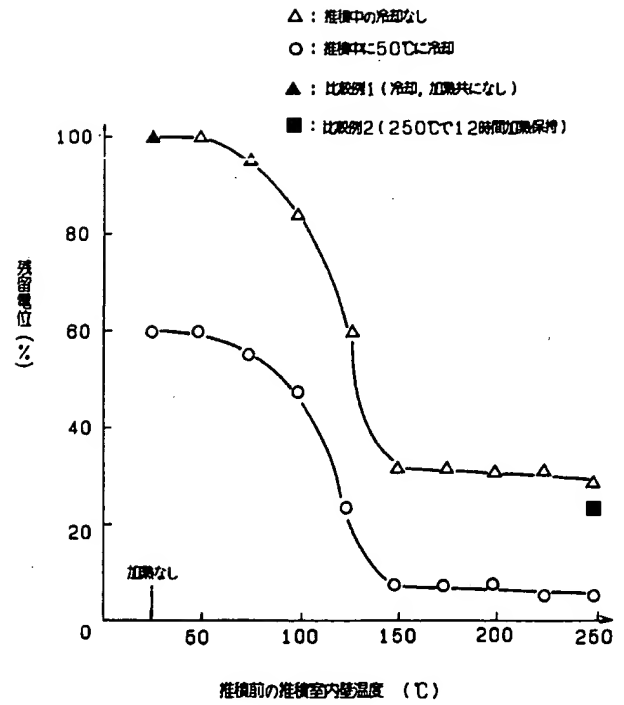
第 1 図



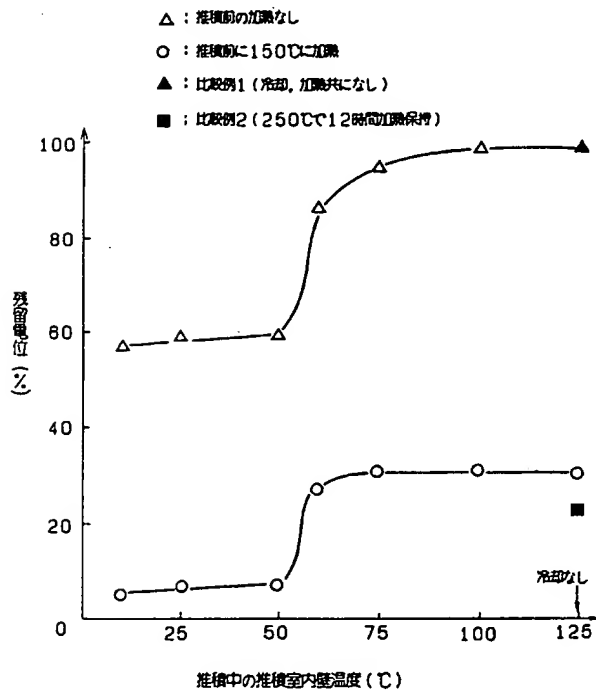
第 2 図



第 3 図

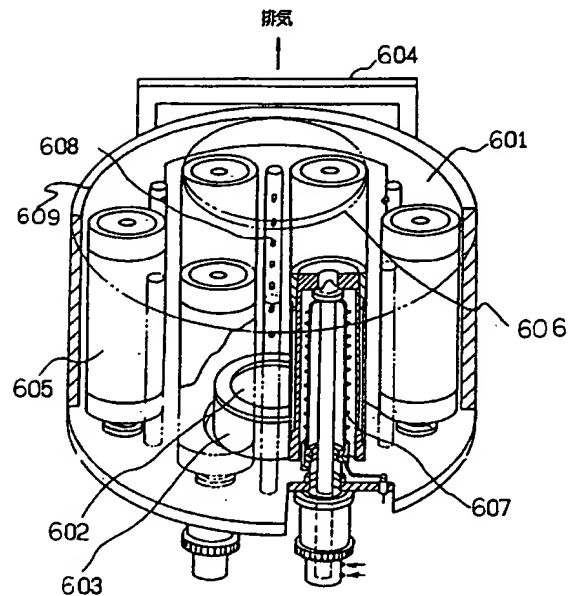


第 4 図



第 5 図

第 6 図



第 7 図

